

Example 1

Polyoxyethylene nonylphenyl ether (20 E.O.) (3 parts) was added to unvulcanized polyisoprene rubber latex emulsion (solid content at dryness 60%) (91.7 parts), and the resultant mixture was stirred until the mixture became homogeneous. The thus-prepared mixture was employed as "liquid A." To sorbitan monooleate (2 parts), a free-acid-type carboxylvinyl polymer (2% water dispersion) (7 parts); a modified pigment prepared from pulverized titanium oxide particles through surface-treatment with di(polyoxyethylene nonylphenyl ether) (4 E.O.) phosphate ester (hereinafter abbreviated as DPOENPEP) (ratio of adhered DPOENPEP to titanium oxide (wt.): 3.8%) (0.5 parts); and triethanolamine (0.1 part) were added and mixed. The thus-prepared mixture was employed as "liquid B."

Subsequently, liquid A was gradually added to the aforementioned liquid B with stirring, thereby homogeneously mixing the two liquids. Thus, a pack composition having a pH of 7.0 for the skin according to the present invention was obtained.

The time required for peeling the pack was measured; the applied pack composition was uniformly peeled off within 9 minutes. Then, a peel test was performed so as to measure the peel stress. The stress was 1.5 g for uniform peeling. In addition, a composition stability test revealed that the volume ratio of a cream phase was 1.0, which indicates high

stability.

Upon application, the pack composition spread excellently, easily, and uniformly, forming white and homogeneous film. The film could be peeled readily and uniformly without irritating the skin.

In addition, after the pack composition had been stored at 0-45°C for 6 months, the appearance of the composition was similar to that observed immediately after production, and no discoloration, separation, or aggregation was observed.

Thus, the pack composition of the present invention for the skin is considerably excellent and remarkably superior to a pack composition obtained in the below-described Comparative Examples.

Example 4

In order to investigate the effect of the amount of the aforementioned modified pigment incorporated, pack compositions were prepared. Specifically, the procedure of Example 1 was repeated, except that to a mixture containing an unvulcanized polyisoprene rubber latex (solid content at dryness 60%) (83.3 parts), polyoxyethylene nonylphenyl ether (20 E.O.) (3.0 parts), sorbitan monooleate (2.0 parts), a free-acid-type carboxylvinyl polymer (0.15 parts), and potassium hydroxide (0.05 parts), a modified pigment prepared from titanium oxide particles through surface-treatment with tri(polyoxyethylene nonylphenyl ether) (6 E.O.) phosphate ester (hereinafter abbreviated as TPOENPEP) (ratio of adhered TPOENPEP to titanium oxide (wt.): 5.7%) was added in a variety of amounts (i.e., 0.03 parts, 0.1 part, 0.5 parts, 4.0 parts, 8.0 parts, 10 parts, and 15 parts). The total amount of each composition was adjusted to 100 parts through addition of water.

The obtained pack compositions were tested in terms of storage stability, ease of uniform application, homogeneity of dried film, time required for peeling, peel stress, and sensation after peeling, and the results are shown in Table 1.

Table 1

Amount of modified pigment added (%)	Time required for peeling (min)	Peel stress (state of peeling)	Ease of uniform application	Homogeneity of dried film (color tone)	Storage stability (1 year)	Sensation after peeling
0.03	16	3.2 g (uneven)	very easy	inhomogeneous (spotted)	excellent	good (moistened)
0.1	11	2.8 g (uniform)	-ditto-	homogeneous (white)	-ditto-	-ditto-
0.5	9	2.6 g (uniform)	-ditto-	-ditto-	-ditto-	-ditto-
4.0	8	2.4 g (uniform)	-ditto-	-ditto-	-ditto-	-ditto-
8.0	7	2.1 g (uniform)	-ditto-	-ditto-	-ditto-	-ditto-
10.0	5	1.8 g (uniform)	easy	-ditto-	good	fair (less moistened)
15.0	Aggregation	—	aggregation, not applicable	inhomogeneous	aggregation	poor (dry)

As is clear from the results shown in Table 1, in the present invention, the amount of the aforementioned modified pigment to be incorporated is 0.1-10% based on the total amount of each formation, preferably 0.5-8.0%. When the amount is less than 0.1%, the time required for forming peelable film is prolonged; appearance of the formed film assumes unevenness (spots); and uniform peeling of the film becomes difficult. When the amount is in excess of 10%, uniform application becomes difficult; storage stability decreases considerably; and aggregation readily occurs.

Example 5

In order to investigate the effect of the amounts of the aforementioned nonionic surfactants incorporated, pack compositions were prepared. Specifically, the procedure of Example 1 was repeated, except that to a mixture containing an unvulcanized polyisoprene rubber latex (solid content at dryness 60%) (83.3 parts), a modified pigment prepared from titanium oxide particles through surface-treatment with di(polyoxyethylene octylphenyl ether) (6 E.O.) phosphate ester (hereinafter abbreviated as DPOEOPEP) (ratio of adhered DPOEOPEP to titanium oxide (wt.): 5.7%) (1.0 part), a free-acid-type carboxylvinyl polymer (0.2 parts), and potassium hydroxide (0.05 parts), sorbitan monooleate and polyoxyethylene sorbitan monolaurate (50 : 50) were added in a variety of total amounts (i.e., 0.1 part, 0.5 parts, 1.0 part, 4.0 parts, 8.0 parts, 10 parts, and 15 parts). The total amount of each composition was adjusted to 100 parts

through addition of water.

The obtained pack compositions were tested in terms of stability, ease of uniform application, homogeneity of dried film, time required for peeling, peel stress, and sensation after peeling, and the results are shown in Table 2.

Table 2

Amounts of modified pigment added	Time required for peeling (min)	Peel stress (state of peeling)	Ease of uniform application	Homogeneity of dried film (color)	Storage stability (1 year)	Sensation after peeling
0.1%	22	10.0 g (uneven)	Difficult (aggregated)	homogeneous (white)	excellent	good (moistened)
0.5%	12	2.9 g (uniform)	very easy	-ditto-	excellent	-ditto-
1.0%	10	2.6 g (uniform)	very easy	-ditto-	-ditto-	-ditto-
4.0%	8	2.1 g (uniform)	-ditto-	-ditto-	-ditto-	-ditto-
8.0%	7	2.0 g (uniform)	-ditto-	-ditto-	-ditto-	-ditto-
10.0%	6	1.8 g (uniform)	Easy	-ditto-	good	-ditto-
15.0%	aggregation	Unmeasurable (weak film)	Difficult (aggregated)	uneven	aggregation	-ditto-

As is clear from the results shown in Table 2, in the present invention, the total amount of the aforementioned nonionic surfactants to be incorporated is 0.5-10% based on the total amount of each composition, preferably 1.0-8.0%. When the amount is less than 0.5%, the time required for forming peelable film is prolonged and peelability becomes poor, providing disadvantages in use. When the amount is in excess of 10%, aggregation occurs; uniform application becomes difficult; and formed film is very weak.

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-56408

⑨ Int. Cl.³
A 61 K 7/00

識別記号

庁内整理番号
7432-4C

⑬ 公開 昭和57年(1982)4月5日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 8 頁)

⑭ 皮膜型バック剤

3-8-19

①特 願 昭55-132723
②出 願 昭55(1980)9月24日
⑦発 明 者 渋谷彰
相模原市上鶴間3335番地の12
⑧発 明 者 竹本平
神奈川県中郡二宮町富士見が丘

⑦発 明 者 大谷泰永
小田原市寿町4丁目20番3号
⑧出 願 人 鐘紡株式会社
東京都墨田区墨田5丁目17番4号
⑨代 理 人 弁理士 足立英一

明 細 書

1. 発明の名称

皮膜型バック剤

2. 特許請求の範囲

- (1) 主要構成成分として、未加硫の合成ゴムラテックス、水溶性高分子、顔料の表面が界面活性物質により被覆された加工顔料、ノニオン型界面活性剤および/またはアニオン型界面活性剤、および水を配合してなり、そして前記加工顔料の配合量が0.1~1.0重量%で、ノニオン型界面活性剤および/またはアニオン型界面活性剤の配合量が0.5~1.0重量%である皮膜型バック剤。
- (2) 加工顔料の配合量が、処方全量に対して0.5~8重量%である特許請求の範囲第(1)項記載の皮膜型バック剤。
- (3) 加工顔料が、顔料の表面が0.2~3重量%（基体の顔料重量に対して）の界面活性物質で被覆されているものである特許請求の範囲第(1)項記載の特許請求の範囲第(1)項記載の皮膜型バック剤。
- (4) ノニオン型界面活性剤および/またはアニオ

ン型界面活性剤の配合量が、処方の全量に対して1.0~8.0重量%である特許請求の範囲第(1)項記載の皮膜型バック剤。

(5) 未加硫の合成ゴムラテックスが、その乾燥固形分として処方の全量基準30~65重量%配合される特許請求の範囲第(1)項記載の皮膜型バック剤。

(6) 水溶性高分子が、処方の全量に対して0.01~1.5重量%配合される特許請求の範囲第(1)項記載の皮膜型バック剤。

(7) 水が、処方の全量に対して55~80重量%配合される特許請求の範囲第(1)項記載の皮膜型バック剤。

(8) 更に、板状の多価アルコールが高々1.5重量%配合される特許請求の範囲第(1)項記載の皮膜型バック剤。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、皮膚表面に適当な厚さに塗布し一定時間を経て乾燥させて、皮膚の角質層を柔軟化し皮膚に適度な緊張を与え、乾燥後一時期に皮膚面

を高め血行を良くし生成皮膚の剥離時には皮膚上の汚垢を除去して清浄作用を発揮し得る化粧料、所謂皮膚型バック剤に調する。更に詳しくは容易に均一塗布でき、短時間で適度に乾燥して、剥離が容易でかつ均一、美麗な白色皮膚を形成し、そして皮膚に痛みを感じることなく、均一容易に剥離すると共に、剥離後の皮膚にしっとりしたフィーリングのよい感触を与え得る、保存安定性の良好な皮膚型バック剤に調する。

従来、皮膚型バック剤が具備すべき必要条件としては、

- (1) 皮膚を剥離することなく、安全性が高いこと。
 - (2) 容易かつ均一に塗布でき、適度の乾燥により均質な皮膚を形成すること。
 - (3) 形成した皮膚の剥離時間が短かく、剥離が容易でかつ均一に剥離すること。
 - (4) 皮膚を剥離した皮膚にしっとりとした良好な感触を与え得ること。
 - (5) 保存安定性(経日安定性)が良いこと。
- 等であるが、これらの諸条件を満足し得る皮膚型

更に天然ゴムや合成ゴムのラテックスを使用したバック剤は一般に外観が不均一(例えばマダラ)な皮膚を生成しやすいために、成膜の顔料を混合して均一白色の皮膚を形成しようとする試みもあるが、顔料が凝集しやすくそれを安定に配合することには非常に難かしい。

本発明は、上述の如き従来技術を悉く改良したものであって、その目的とするところは、容易に均一塗布でき、短時間で適度に乾燥して剥離が容易でかつ均一美麗な白色の皮膚を形成し、そして皮膚に痛みを感じることなく、均一容易に剥離すると共に、剥離後の皮膚にしっとりしたフィーリングのよい感触を与え得る、保存安定性の良好な皮膚型バック剤を提供することにある。

すなわち、本発明は、主要構成成分として、未加硫の合成ゴムラテックス、水溶性高分子、顔料の表面が界面活性物質により被覆された加工顔料、ノニオン型界面活性剤および/またはアニオン型界面活性剤、および水を配合してなり、そして前記加工顔料の配合量が0.1~1.0重量%で、ノニ

オン型界面活性剤および/またはアニオン型界面活性剤の配合量が0.5~1.0重量%である皮膚型バック剤である。

以下、本発明の実施の態様を詳説する。

本発明に使用する顔料の表面が界面活性物質により被覆された加工顔料は、化粧料に慣用される通常の顔料を界面活性物質のエマルジョンまたは溶液で処理して、顔料の表面に界面活性物質を實質的に均一に付着(吸着)せしめた加工顔料である。従ってこの加工顔料における基体の顔料の表面は界面活性物質によって實質的に被覆されている。この加工顔料における基体顔料の表面に付(表面を被覆)している界面活性物質の量は、基体の顔料重量に対して0.2~3重量%が好ましい。前記加工顔料の基体の顔料としては、例えば酸化チタン、タルク、カオリン、酸化亜鉛、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム等が好ましい。また基体の顔料表面に付着している界面活性物質としては、例えばソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキル

エーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルアリルエーテル、グリセリン脂肪酸エステル、脂肪酸石鹸、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸エステル塩、レシチン、カゼインソーダ等が好ましい。

本発明のバック剤における前記加工原料の配合量は、当該処方（バック剤組成物）の全量に対して0.1～1.0重量％、好ましくは0.5～8重量％である。0.1重量％未満の場合は剥離可能な皮膚の形成所要時間が長くなり、また外観が不均一（例えばマダラ）なバック皮膚を形成すると共に、該皮膚を均質に剥離することができず、好ましくない。1.0重量％よりも多くなるとバック剤の粘度が著しく上昇して、均一塗布が困難となり、長期保存安定性もわるくなって、販売しやすく好ましくない。

本発明のバック剤に配合するノニオン型界面活性剤としては、例えばソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、

ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアリルエーテル等が好ましい。またアニオン型界面活性剤としては、例えば脂肪酸石鹸、高級アルコール硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルサルファート、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸エステル及びその塩等が好ましい。

通常、これ等の界面活性剤は一種または二種以上組合せて使用される。

かかる界面活性剤の使用量としては、0.5～1.0重量％であり、好ましくは1.0～8.0重量％である。

0.5重量％よりも少くなると、安定性が低下し、長期保存時に加工原料やポリマー粒子が凝集して不均質になり、そして乾燥速度が遅く、剥離可能な皮膚の形成時間が長くなると共に、皮膚の剥離性がわるくなって容易かつ均一に剥離できなくなる。また1.0重量％よりも多くなると、安定性が低下し、長期保存すると凝集して不均一になり、

また剥離性もわるくなるので好ましくない。

本発明に適用し得る未加硫の合成ゴムラテックスとしては、例えばイソブレン系ゴム、スチレンーブタジエン系ゴム、ブタジエン系ゴム等が好ましい。未加硫合成ゴムラテックスの配合量は、該合成ゴムラテックスの乾燥固形分として処方の全量基準30～65重量％、好ましくは40～63重量％である。30重量％よりも少くなると、バック剤粘度が低くなって塗布し難い場合があり、また剥離可能な皮膚の形成時間が長くなり皮膚形成能や皮膚の剥離性が低下しやすい。また65重量％よりも多くなるとバック剤粘度が高くなって、容易に均一塗布することが難しくなる。

本発明のバック剤に配合する水溶性高分子とは、皮膚型バック剤に慣用されている水溶性の皮膚形成剤であって、例えば、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸ナトリウム、遊離酸型カルボキシビニルポリマー、カルボキシメチルセルロースナトリウム等が好ましい。

通常、これ等の水溶性高分子物質は1種または2

種以上組合せて使用される。かかる水溶性高分子物質の使用量は0.01～1.5重量％、好ましくは0.05～1.0重量％である。0.01重量％よりも少くなると保存安定性が低下しやすく、また1.5重量％よりも多くなると剥離可能な皮膚形成時間が長くなり、均一塗布し難くなる傾向がある。水の配合量は35～80重量％、好ましくは40～70重量％である。

本発明における前述の成分を前述の如く配合してなるバック剤は、バック皮膚を剥離した後の皮膚にしっとりとした良好な感触を与えるが、更に液状の多価アルコールを高々1.5重量％（好ましくは2～8重量％）配合することによって、よりしっとりとしたより良好な感触を与えることができる。

前記液状の多価アルコールとは、水酸基を二つ以上有し、液状かつ水に易溶なアルコールであって、例えばプロピレングリコール、グリセリン、ジグリスエン、分子量200～600のポリエチレングリコール等を挙げる。

本発明のバック剤に配合し得る慣用成分としては、

料防腐剤、染料、美容薬効成分等を挙げることができる。

尚、必要に応じて、酸性情質や塩基物質等の中和剤、PH調節剤、~~化粧料用油性物質（動植物油、ワックス類、高級脂肪酸炭化水素、高級脂肪酸、高級アルコール、エステル油、シリコン油等）~~等を、本発明の制膜効果に阻害しない範囲内で少量配合してもよい。

本発明の皮膜型バック剤は、均質な液状またはペースト状を呈していて保存安定性に優れ、使用に際しては、伸びよく、容易に均一塗布でき、そして短時間で適度に乾燥して、剥離が極めて容易かつ均一美麗な色相（着色しない場合は白色）の皮膜を形成し、皮膚に痛みを感じることなく円滑容易に剥離すると共に、剥離後の皮膚にしっとりとしたフィーリングの良い感触を与える、優れたバック剤であって、その効果は著しい。

以下、本発明の実施例について説明する。

実施例に示す部とは重量部を意味する。バック剤

程度75%の室内に3時間放置する。

次に室温で程度75%の恒湿器中に1時間放置しレオメーターを用いて0.6mm/秒の剥離速度で剥離応力を測定する。剥離応力が、5g未満の場合は良好（剥離しやすい）、5～10gの場合はやや不良（若干剥離しにくい）、10g以上の場合は不良（剥離しにくく痛みを感じる）とした。

(3) 安定性の評価（短時間での判定）

容量15mlのガラス遠心管に約10ml試料を入れ遠心分離機の卓上型低速遠心機（日一105N型を用い、45℃3000r.p.m.の条件で15分間遠心分離テストを行ない、^(均一に分散し、均一相)試料のクリーム相^{後のクリーム相}を層に析き出す遠心分離の要領の比率をしらべる。この容量比が1に近い程安定で、^{0.98-1.00}±0.05の場合は安定で、^{0.98}±0.1より小さい場合は安定性不良とした。

実施例1

未加糖のポリイソブレンゴムラテックスエマルジョン（乾燥固形分濃度60%）2.17部に、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル（20E. U）を3部加え、均一にならまで攪拌した。この

の特性としての剥離可能な皮膜の形成時間（以下剥離時間と略す）、剥離性及び安定性の評価については下記に示す方法により、その他の特性は専門検査員3人によって実用テスト（塗布時の伸び、剥離し易さ、~~べたつき感~~しっとり感）、形成された皮膜の外観、および長期間の保存安定性についてしらべた。

(1) 剥離時間

該皮膜型バック剤を前腕屈側部の3cm×3cmの大きさの部位に0.5g均一な厚さに塗布し、該バック剤が均一な皮膜を形成し且つ均一に剥離できるまでの所要時間を測定した。

剥離時間が7分間乃至15分間の場合は良好（使用し易い）、7分間未満および15分間以上の場合は不良（使用し難い）とした。

(2) 剥離性試験（剥離応力）

76mm×26mmのスライドガラスに精製水で処理したBURN TREATMENT SKINBANK^{（注）}の凍結乾燥豚皮（ライオデルム）を貼り付け、その上に試料バック剤1gを均一な厚さに塗布し、35℃

混合物をA液とする。次に他方ソルビタンモノオレエート2部に、遊離型カルボキシビニルポリマー（2%水分散液）7部、酸化チタンの表面がジポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸エステル（4E.O）（以下DPOENPEPと略記）で被覆された加工顔料（DPOENPEPの付着量は、酸化チタンの重量に対して3.8%）0.5部およびトリエタノールアミン0.1部を添加混合した。この混合物をB液とする。

次に前記のB液にA液を攪拌しながら徐々に加え、両液を均一に混合せしめて、PH7.0の本発明の皮膜型バック剤を得た。

このバック剤の剥離時間を調べたところ、7分で均一に剥離できた。次に剥離試験により剥離応力を調べたところ、1.5gで均一に剥離できた。更に安定性の評価を行なったところクリーム相容比1.0で安定であった。

またこのバック剤は塗布時伸びよく、容易かつ均一に塗布でき、皮膜形成時白色の均一な皮膜を形成し、皮膚に刺激を与えることなく容易に均一剥

厚することができた。

また、このバック剤を0～45℃の範囲内で6ヶ月保存した結果、製造直後と外観は同じであり、変色、分層、凝集は全く見られなかった。

このように本発明の皮膜型バック剤は極めて良好で、後述の比較例によるバック剤に比較して著しく優れている。

比較例 1

未加硫のポリイソブレンゴムラテックスの代りに、天然ゴムラテックス^{製造}(固形分濃度60%)を9.7部使用する他は、実施例1と同様に行なった。

その結果、得られた皮膜型バック剤は、PH7.5であり、実施例1と同様に剥離時間を測定したところ、12分で、均一に剥離できた。

次に、剥離応力を調べたところ4.2gであったが均一に剥離できなかった。

更に、安定性の評価を行なったところ、クリーム相の容積比0.2で安定性は不良であった。

また、アンモニア臭が若干強く、製造直後、若干

に、ベタイン型両性界面活性剤を5部添加する他は、実施例1と同様にして比較のバック剤を調製した。得られた皮膜型バック剤はPHが8.5で、製造直後に粘度が上昇し、全体的に凝集して均一にならなかった。また、実施例1と同様に実用テストを行なった結果、塗布時の伸びがわるく、均一に塗布できずかつ均一な皮膜を形成しないため均一に剥離できなかった。

比較例 4

酸化チタンの表面がジポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸エステル(4E.O.)により被覆された加工顔料の代りに、未処理の酸化チタン0.5部を使う他は、実施例1と同様にして比較のバック剤を調製した。得られた皮膜バック剤は、PHが2.2で、製造直後に酸化チタンが凝集して、均一に分散できなかった。このバック剤の剥離時間を調べたところ、11分で均一に剥離できた。次に、剥離応力を調べたところ、3.2gであったが均一に剥離できなかった。

更に、安定性の評価を行なったところ、クリーム

部分的に凝集していた。

更に、実施例1と同様に0～45℃の範囲内で6ヶ月保存した結果、30℃以上の温度の下で保存したものは黄色に着色し、臭いも著しく変化しており、部分的に凝集が見られた。

比較例 2

ソルビタンモノオレエートおよびポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル(20E.O.)の代りに、酸化ベンザルコニウム5部添加する他は、実施例1と同様にして比較のバック剤を調製した。

得られた皮膜型バック剤は、PHが6.5であった。また、このバック剤は製造直後に粘度が極端に上昇し全体的に凝集して均一にならなかった。また実施例1と同様に実用テストを行なった結果、塗布時の伸びが悪く、均一に塗布できず、かつ均一な皮膜を形成しないため均一に剥離できなかった。その際強い刺激を感じた。

比較例 3

ソルビタンモノオレエートおよびポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル(20E.O.)の代りに

相の容積比は1.0であったが、底部に酸化チタンの沈降が見られた。

また、このバック剤は、塗布時「ザラザラ」した違和感があり、均一に塗布できず、更に均一に剥離できなかった。

実施例1と同様に0～45℃で保存テストを行なった結果、部分的に凝集していた。

比較例 5

ソルビタンモノオレエートおよびポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル(20E.O.)を使用せず、且つ水を9.5部使用する他は、実施例1と同様にして比較のバック剤を調製した。

得られたバック剤のPH7.6で製造直後、全体的に凝集して均一にならなかった。更に剥離時間が25分と長く、また剥離応力が1.6gと大きく、均一に剥離できなかった。尚、クリーム相の容積比は0.82で、分層がみられ、下部には顔料加工顔料が沈降していた。

実用テストを行なったところ、皮膚に対する接着力が極めて強く、均一に剥離できなかった。

比較例 6

遊離型カルボキシビニルポリマーを使用せず、かつ水を11.5部使用する他は、実施例1と同様にして比較のバック刷を調製した。得られたバック刷は、PHが8.5で、剥離時間は5分であった。次に、剥離応力を調べたところ2.5gであったが、均一に剥離できなかった。

更に、安定性の評価を行なったところ、クリーム相の容積比は0.72で分離が見られ、下部には原料が沈降していた。

また、このバック刷は塗布時、凝集して均一に伸びず、均一な皮膜を形成しない為、均一に剥離できなかった。また、実施例1と同様に0~45℃での保存安定性を調べたところ、45℃、1ヶ月で全体的に凝集した。

比較例 7

酸化チタンの表面がジボリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸エステル(4E.O.)により被覆された加工顔料を使用せず、かつ水を5部使用する他は、実施例1と同様に行なった。得ら

れたが、下部に原料の沈降が見られた。また、このバック刷は、塗布時の感触に「ザラザラ」した違和感があり、均一に塗布できず、形成皮膜は、均一に剥離できなかった。

実施例1と同様に0~45℃で保存テストを行なった結果、部分的に凝集していた。

実施例 2

未加減のポリスチレン-ブタジエン共重合体(体)ラックスエマルジョン(固形分濃度55%)7.7部に、セチル硫酸ナトリウム0.5部を加え均一にならまで攪拌した。この混合物をA液とする。次に、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート(20E.1)、13部、ソルビタンセスキオレート1部、ポリビニルアルコール(平均重合度1,500~1,500)の2.0部、水5部、ポリエチレングリコール5部、クエン酸0.1部、酸化亜鉛の表面がグリセリルモノオレート(以下GMOと略記)で被覆された加工顔料(GMOの付着量は14.3%)1部及び水5部を添加、混合した。この混合物をB液とする。

れたバック刷のPHは7.0で、剥離時間は17分で、均一に剥離できた。剥離応力は3gで均一に剥離できクリーム相の容積比1で安定であったが、このバック刷は乾燥した時「マダラ」になり皮膜の外観が不均一である為、実用上好ましくなかった。

比較例 8

酸化チタンの表面がジボリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸エステル(4E.O.)で被覆された加工顔料を使用せず、その代りに、ジボリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸エステル(4E.O.)0.02部と未処理の酸化チタン0.48部を個々に加える他は、実施例1と同様に比較のバック刷を調製した。得られたバック刷は、PHが7.2で、製造直後に酸化チタンが凝集して均一分散できなかった。^(あつた)このバック刷の剥離時間を調べたところ11分であった。~~このバック刷は~~次に、剥離応力を調べたところ3.0gであったが均一に剥離できなかった。更に、安定性の評価を行なったところ、クリーム相容積比は1.0で

次に前記のB液に、A液を攪拌しながら徐々に加え、実施例1と同様に調製して、本発明の皮膜型バック刷を得た。得られたバック刷のPHは6.5で剥離時間は14分、剥離応力は2.2gで、均一に剥離できた。更に、安定性の評価を行なったところクリーム相の容積比は1.0で極めて安定であった。

また、このバック刷は、伸びよく、容易かつ均一に塗布できると共に、白色の均一な皮膜を短時間に形成し、皮膚に刺激を与えることなく容易に均一剥離できた。また剥離後は肌にしっとりしたフィーリングの良い感触を与えた。このバック刷を0~45℃の範囲内で6ヶ月保存した結果、製造直後と外観は同じで変色、分離、凝集は全く見られなかった。

実施例 3

ポリエチレングリコールを使用せず、かつ水を10部使用する他は、実施例2と同様にして本発明のバック刷を調製した。得られたバック刷のPHは、6.7で、剥離時間

は12分、剥離応力は23gで、均一に剥離できた。安定性の評価は、クリーム相の容積比1.0で安定であった。

また、このバック剥け、塗布時均一にのび皮膚に刺激を与えことなく容易且つ均一に剥離できた。剥離後のしっとり感が実施例2のバック剥けに比較してやや少ないが全体としての感度は同程度に良好であった。また6ヶ月の保存安定性を実施例2と同様に調べた結果、0~45℃の範囲内で極めて良好であった。

実施例4

前記加工原料の配合量の影響をしらべるために、未加硫のポリイソブレンゴムラテックス(乾燥固形分濃度60%)83.3部、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル(20E.O)3.0部、ソルビタンモノオレエート2.0部、遊離酸型カルボキシビニルポリマー0.15部および苛性カリ0.05部に対して、酸化チタンの表面がトリポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルリン酸エステル(6E.O)(以下TPOENPEPと略記)により被覆され

た加工原料(TPOENPEPの付着量は酸化チタンの重量に対して5.7%)をそれぞれ0.05部、0.1部、0.5部、4.0部、8.0部、1.0部及び15.0部使用し、かつそれに対応して水を各処方の全液100部にするための必要量使用する他は、実施例1と同様にして、各バック剥けを製造した。得られた各バック剥けの保存安定性、均一塗布のしやすさ、乾燥反膜の均一性、剥離時間、剥離応力、剥離後の感度等の試験結果を第1表に示した。(以下全白)

加工原料 配合量(部)	剥離時間 (分)	剥離応力 (g/cm ²)	均一塗布 の容易さ	乾燥反膜 の均一性 (色相)	保存安定性 (1年間)	剥離後の 感度
0.05	16	5.2g (不均一)	極めて容易	不均一 (マダラ)	極めて良好	良好 (しっとり)
0.1	11	2.6g (均一)	同上	均一 (白色)	同上	同上
0.5	7	2.6g (均一)	同上	同上	同上	同上
4.0	8	2.6g (均一)	同上	同上	同上	同上
8.0	7	2.1g (均一)	同上	同上	同上	同上
10.0	5	1.8g (均一)	容易	同上	良好	尚んど良好 (ややしっとり)
15.0	—	—	被覆して塗 布できず	不均一	感度	不良 (カサカサ)

第1表の結果からも明らかをより、本発明における前記加工原料の配合量は、処方の全液に対して0.1~1.0部、好ましくは0.5~8.0部である。0.1部よりも少ないと剥離可能な皮膚の形成時間が長くなり、外観が不均一(マダラ)な皮膚を形成すると共に、その皮膚を均一に剥離することが困難となる。また1.0部よりも多くなると均一塗布が困難となり、保存安定性が著しく低下し、収率しやすい。

実施例5

前記ノニオン型界面活性剤の配合量の影響をしらべるために、未加硫のポリイソブレンゴムラテックス(乾燥固形分濃度60%)83.3部、酸化チタンの表面がジポリオキシエチレンオクタチルフェニルエーテルリン酸エステル(6E.O)(以下DPOEOPPEPと略記)で被覆された加工原料(DPOEOPPEPの付着量は酸化チタンの重量に対して5.7%)1.0部、遊離酸型カルボキシビニルポリマー0.2部、および苛性カリ0.05部に対して、ソルビタンモノオレエートとポリオキシエチレンソルビタ

ンモノラクレートを50:50の割合で、かつ両者の総量として0.1部、0.5部、1.0部、4.0部、8.0部、10部および15部使用し、それに対応して水を各処方の全量100部にするための必要量使用する他は、実施例1と同様にして各バック剤を製造した。

得られた各バック剤の安定性、均一塗布のしやすさ、乾燥皮膜の均一性、剥離時間、剥離応力、剥離後の粘着等の試験結果を第2表に示した。

(以下省略)

表 2

非イオン界面活性剤配合量	剥離時間 (分)	剥離応力 (剝離伏値)	均一塗布 の程度	乾燥皮膜の均 一性(色相)	保存安定性 (1年間)	剥離後の状態
0.1%	22	100g (不均一)	均一 (均等時間経過)	均一 (白色)	極めて良好	良好 (しっとり)
0.5%	12	20g (均一)	極めて容易	同上	極めて良好	同上
1.0%	10	20g (均一)	極めて容易	同上	同上	同上
4.0%	6	21g (均一)	同上	同上	同上	同上
8.0%	7	20g (均一)	同上	同上	同上	同上
10.0%	6	10g (均一)	容易	同上	良好	同上
15.0%	5	剥離不能 (皮膜もろい)	困難	不均一	液漏	同上

第2表の結果からも明らかなように、本発明における非イオン型界面活性剤の配合量、処方の全量に対して0.5~10部、好ましくは1.0~8.0部である。0.5部よりも少なくなると剥離可能な皮膜の形成所要時間が長く、剥離性もわるくなって実用上好ましくなく、10部よりも多くなると凝集し、均一塗布が困難となり、形成皮膜は非常にもろい。